

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2002-80825
(P2002-80825A)

(43)公開日 平成14年3月22日(2002.3.22)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マ-ト [*] (参考)
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 C 3 C 0 6 3
B 2 4 D 3/00	3 2 0	B 2 4 D 3/00	3 2 0 A
11/00		11/00	B

審査請求 未請求 請求項の数5 書面 (全 8 頁)

(21)出願番号 特願2000-312663(P2000-312663)

(22)出願日 平成12年9月7日(2000.9.7)

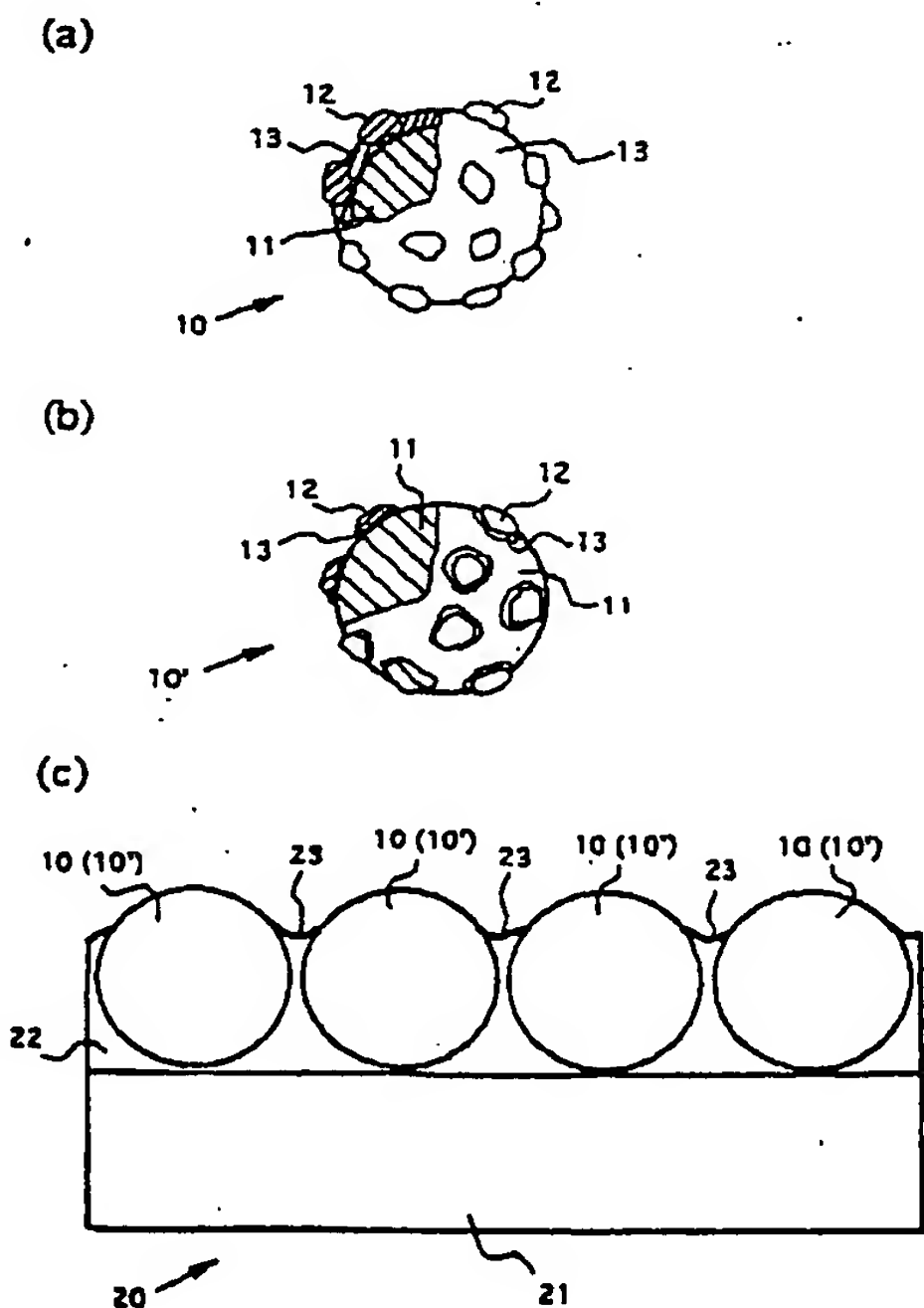
(71)出願人 390037165
日本マイクロコーティング株式会社
東京都昭島市武蔵野3丁目4番1号
(72)発明者 横井 紀昭
東京都昭島市武蔵野三丁目4番1号日本ミ
クロコーティング株式会社内
(72)発明者 山口 徳子
東京都昭島市武蔵野三丁目4番1号日本ミ
クロコーティング株式会社内
(74)代理人 100069899
弁理士 竹内 澄夫 (外1名)
Fターム(参考) 3C063 AA03 AB07 BB01 BB20 BC03
BG01 BG08 BG22 EE01 EE10

(54)【発明の名称】 研磨粒子及びその製造方法

(57)【要約】 (修正有)

【課題】被研磨物表面を短時間で精度よく研磨できる研
磨フィルム、及びこの研磨フィルムに使用する新規な構
成の研磨粒子及びその製造方法を提供する。

【解決手段】平均粒径0.1～20μmの範囲にある母
粒子11、及びこの母粒子11の表面に複数付着固定し
た、母粒子11(例えば、シリコン)よりも小径の平均
粒径0.001～0.5μmの範囲にある子粒子12
(例えば、シリカ)から構成される、金属製又は非金属
製の被研磨物表面を研磨するための研磨フィルム用の研
磨粒子10、10'。



【特許請求の範囲】

【請求項1】平均粒径0.1～20 μ mの範囲にある母粒子、及びこの母粒子よりも小径の平均粒径0.001～0.5 μ mの範囲にある子粒子、から成り、前記子粒子が、前記子粒子又は前記母粒子の表面に形成した金属酸化物の膜を介して、前記母粒子の表面に複数付着固定した、研磨粒子。

【請求項2】平均粒径0.1～20 μ mの範囲にあるシリコン粒子、及びこのシリコン粒子よりも小径の平均粒径0.001～0.5 μ mの範囲にあるシリカ粒子、から成り、前記シリカ粒子が、前記シリカ粒子又は前記シリコン粒子の表面に形成した金属酸化物の膜を介して、前記シリコン粒子の表面に複数付着固定した、研磨粒子。

【請求項3】金属酸化物の溶液中に平均粒径0.1～20 μ mの範囲にある母粒子を分散させた母粒子分散液と、水溶液中に前記母粒子よりも小径の平均粒径0.001～0.5 μ mの範囲にある子粒子を分散させた子粒子分散液とを混合し、前記母粒子の表面に形成された金属酸化物の膜を介して、前記母粒子の表面に前記子粒子を複数付着固定させる、研磨粒子の製造方法。

【請求項4】水溶液中に平均粒径0.1～20 μ mの範囲にある母粒子を分散させた母粒子分散液と、金属酸化物の溶液中に前記母粒子よりも小径の平均粒径0.001～0.5 μ mの範囲にある子粒子を分散させた子粒子分散液とを混合し、前記子粒子の表面に形成された金属酸化物の膜を介して、前記母粒子の表面に前記子粒子を複数付着固定させる、研磨粒子の製造方法。

【請求項5】請求項1又は2に記載の研磨粒子と、バインダ樹脂とからなる研磨層をプラスチックフィルムの表面に形成した研磨フィルム。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する分野】本発明は、金属製又は非金属製の被研磨物表面を研磨するための研磨フィルムに関し、特に、研磨フィルムに使用する研磨粒子及びその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術及び発明の解決しようとする課題】金属製又は非金属製の被研磨物表面の研磨には、研磨粒子として各種金属酸化物、金属窒化物やダイヤモンドなどの粒子をバインダ樹脂の溶液中に分散させた研磨塗料をプラスチックフィルム上に塗布し、これを乾燥させて連続又は不連続な研磨層を形成させた研磨フィルムが使用されている。

【0003】そして、高い表面精度が要求される磁気ハードディスク基板、半導体ウエハ、液晶ガラス基板などの被研磨物の仕上げ研磨には、粒径の小さい微粒子（平均粒径0.001～0.5 μ m）を使用した研磨フィルムが使用されている。

【0004】これは、研磨フィルムに使用される粒子の粒径を小さくすればするほど、被研磨物表面に当接する単位面積当たりの粒子数が多くなり、また研磨層表面の平坦性が向上するので、被研磨物表面を精度よく研磨できる、と考えられているからである。

【0005】しかし、研磨フィルムに使用される粒子の粒径を小さくすると、（1）個々の粒子の研削量が少なくなるため、研削力が低下し、研磨に時間がかかり、スループットが低下する、（2）研磨塗料を製造する際、微粒子が凝集し、この凝集粒子が被研磨物表面に不要の傷をつけてしまう原因となるので、超音波等を利用して研磨塗料中の凝集粒子を分解しなければならず、この凝集粒子分解工程に時間と手間がかかる、（3）研磨中に発生した研磨クズが研磨層表面上に残留し、研磨層表面に目詰まりを生じさせ、研削力を低下させる、という問題が生じ、研磨フィルムに使用される粒子の粒径を「単に」小さくするだけでは、被研磨物表面を短時間で精度よく研磨することができないのが現状である。

【0006】本発明は、これら問題に鑑みてなされたものであり、したがって、本発明の目的は、被研磨物表面を短時間で精度よく研磨することができる研磨フィルム、及びこの研磨フィルムに使用する新規な構成の研磨粒子及びその製造方法を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成する本発明は、平均粒径0.1～20 μ mの範囲にある母粒子、及びこの母粒子よりも小径の平均粒径0.001～0.5 μ mの範囲にある微粒子（以下、これを子粒子という）、から構成され、子粒子が母粒子の表面に複数付着固定したことを特徴とする研磨粒子である。

【0008】子粒子は、個々の子粒子又は母粒子の表面に金属酸化物の膜を形成し、この膜を介して、母粒子の表面に複数付着固定される。このような金属酸化物の膜（ゲル膜）は、子粒子又は母粒子を金属酸化物の溶液（ゾル）中に分散させることによって個々の粒子に形成できる。このようにゾル中に分散した粒子の表面にゲル膜を形成し、このゲル膜を介して、他の粒子を付着固定する方法を「ゾルゲル法」という。

【0009】本発明の研磨粒子は、水溶液中に子粒子を分散させた子粒子分散液と、金属酸化物の溶液（ゾル）中に母粒子を分散させた母粒子分散液とを混合して、子粒子よりも大径の母粒子の表面に、母粒子の表面に形成された金属酸化物の膜（ゲル膜）を介して、子粒子を複数付着固定することによって製造される。

【0010】変形的に、水溶液中に母粒子を分散させた母粒子分散液と、金属酸化物の溶液（ゾル）中に子粒子を分散させた子粒子分散液とを混合して、子粒子よりも大径の母粒子の表面に、子粒子の表面に形成された金属酸化物の膜（ゲル膜）を介して、子粒子を複数付着固定することによって製造される。

【0011】母粒子の表面に付着固定する子粒子としては、シリカ、ダイヤモンド、アルミナ、酸化セリウム等の粒子から選択される一種又は二種以上の研磨フィルムに一般的に使用される既知の硬質の粒子が使用される。

【0012】母粒子としては、研磨フィルムに一般的に使用される上記した既知の硬質の粒子の他、研磨層に弾力性を与え、被研磨物表面に子粒子を弾力的に作用させるため、ポリマービーズ（アクリルースチレン樹脂、ナイロン樹脂等からなる球状粒子）のように比較的軟質の粒子が使用される。母粒子の形状は特に限定されるものではないが、極端な突起や凹みのないほぼ球状の粒子が使用される。好適に、球状のシリコン粒子が使用される。

【0013】母粒子としてシリコン粒子を使用する場合、好適に、水溶液中でシリコン粒子を生成することによって得られたシリコン粒子分散液（母粒子分散液）を使用し、上記のゾルゲル法によって、本発明の研磨粒子が製造される。すなわち、メチルトリメトキシシランの水溶液にアルカリを添加し、加水分解することにより、母粒子としてのシリコン粒子をアルカリ性の水溶液中に生成し（例えば、特開平6-248081を参照）、このシリコン粒子分散液と、金属酸化物の溶液（ゾル）中に子粒子（好適に、シリカ粒子）を分散させた子粒子分散液とを混合することによって、子粒子表面に形成されたゲル膜を介して、シリコン粒子の表面に子粒子を複数付着固定し、本発明の研磨粒子を製造する。

【0014】本発明の研磨粒子は、上述のようにして母粒子分散液と子粒子分散液とを混合した後、ろ過、洗浄後、乾燥して製造される。さらに、ゲル膜を介して粒子同士を強固に固定するため、焼成してもよい。

【0015】本発明の研磨フィルムは、バインダ樹脂の溶液中に上記の研磨粒子を分散させた研磨塗料をプラスチックフィルムに塗布し、乾燥させて、プラスチックフィルム表面に研磨層を形成させることによって製造される。好適に、研磨塗料は、研磨層の厚さが母粒子の大きさ（直径）とほぼ同一となるように、プラスチックフィルム表面に塗布される。

【0016】

【発明の実施の形態】＜研磨粒子＞ 図1(a)及び(b)に示すように、本発明の研磨粒子10(10')は、平均粒径0.1~20 μ mの範囲にある母粒子11、及び及びこの母粒子11よりも小径の平均粒径0.001~0.5 μ mの範囲にある子粒子12、から構成され、子粒子12又は母粒子11の表面に形成した金属酸化物の膜（ゲル膜）13を介して、子粒子12を母粒子11の表面に複数付着固定させたものである。

【0017】母粒子11の表面に付着固定する子粒子12としては、コロイダルシリカ、ダイヤモンド、アルミナ、酸化セリウムなどの研磨フィルムに一般的に使用される既知の硬質の粒子が使用される。

【0018】また、母粒子11としては、シリカ、ダイヤモンド、アルミナ、酸化セリウム、セラミックス、ガラスなどの研磨フィルムに一般的に使用される既知の硬質の粒子の他、研磨層に弾力性を与え、被研磨物表面に子粒子を弾力的に作用させるため、ポリマービーズ等の比較的軟質の粒子が使用される。母粒子11の形状は特に限定されるものではないが、極端な突起や凹みのないほぼ球状の粒子が使用される。好適に、球状のシリコン粒子が使用される。

10 【0019】図1(a)に示す研磨粒子10は、水溶液中に子粒子12を分散させた子粒子分散液と、金属酸化物の溶液（ゾル）中に母粒子11を分散させた母粒子分散液とを混合して、母粒子11の表面に形成されたゲル膜13を介して、母粒子11の表面に子粒子12を複数付着固定し、その後、ろ過、洗浄し、乾燥して製造される。さらに、ゲル膜13を介して粒子11、12同士を強固に固定するため、焼成してもよい。

20 【0020】ここで、このゲル膜13は、金属酸化物の溶液（ゾル）中に母粒子11を分散させたときに、母粒子11の表面に形成される金属酸化物の膜である。

【0021】図1(b)に示す研磨粒子10'は、水溶液中に母粒子11を分散させた母粒子分散液と、金属酸化物の溶液（ゾル）中に子粒子12を分散させた子粒子分散液とを混合して、子粒子12の表面に形成されたゲル膜13を介して、子粒子母粒子11の表面に子粒子12を複数付着固定し、その後、ろ過、洗浄し、乾燥して製造される。さらに、ゲル膜13を介して粒子11、12同士を強固に固定するため、焼成してもよい。

30 【0022】ここで、このゲル膜13は、金属酸化物の溶液（ゾル）中に子粒子12を分散させたときに、子粒子12の表面に形成される金属酸化物の膜である。

【0023】母粒子11としてシリコン粒子を使用する場合、研磨粒子10'は、好適に、メチルトリメトキシシランの水溶液にアルカリを添加することにより、母粒子11としてのシリコン粒子をアルカリ性の水溶液中に生成し、このシリコン粒子分散液と、金属酸化物の溶液（ゾル）中に子粒子12（好適に、シリカ粒子）を分散させた子粒子分散液とを混合することによって、子粒子12の表面に形成されたゲル膜13を介して、シリコン粒子11の表面に子粒子12が複数付着固定することによって製造できる。

50 【0024】本発明の研磨粒子10、10'の製造に使用される金属酸化物の溶液としては、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラプロポキシシラン、テトラブトキシシランなどのテトラアルコキシシランを酸で加水分解したものが使用される。この他、四塩化珪素を酸で加水分解したものや珪酸ナトリウム水溶液も使用し得るが、四塩化珪素を酸で加水分解すると塩化水素ガスが発生し、また珪酸ナトリウム水溶液の場合、これが強アルカリであるため、ゾルが非常に不安定であ

り、ゲル化し易く、氷点下の環境で扱う必要があり、このことから、好適には、上記したテトラアルコキシシランを酸で加水分解したものが使用される。

【0025】＜研磨フィルム＞ 図1(c)に示すように、本発明の研磨フィルム20は、バインダ樹脂の溶液中に上記の研磨粒子10、10'を分散させた研磨塗料をプラスチックフィルム21の表面に塗布し、乾燥させて、プラスチックフィルム21の表面に、研磨粒子10、10'とバインダ樹脂22とから構成される研磨層を形成させることによって製造される。好適に、研磨塗料は、研磨層の厚さが母粒子10、10'の大きさ（直径）とほぼ同一となるように、プラスチックフィルム21の表面に塗布される。

【0026】図示のように、研磨フィルム20の研磨層表面には、研磨粒子10、10'同士の間、隙間23が形成され、この隙間23に研磨中に発生した研磨クズが取り込まれる。

【0027】また、図1(a)～(c)に示すように、研磨フィルム20を使用して被研磨物を研磨すると、母粒子11とこの表面に複数付着固定した子粒子12とが被研磨物表面に作用するので、高い研削力で高い表面精度が得られる。

【0028】さらに、本発明の研磨粒子10、10'は、平均粒径0.1～20μmという大径の母粒子11の表面に子粒子12を複数付着固定したものであるため、研磨塗料中で研磨粒子10、10'が凝集せず、均一に分散し、研磨層には凝集粒子がない。

【0029】＜実施例1＞ 研磨粒子の製造

pH5.0～5.5のイオン交換水600gを60℃に加温し、メチルトリメトキシシラン198gを加え、200rpmで30分攪拌後、0.1N-NaOH水溶液4.0mlを加え、5分攪拌後30分静置した。これにより、白濁、沈降した母粒子としての平均粒径5.4μmのシリコン粒子が生成され、シリコン粒子分散液が調製された。

【0030】pH4.0のイオン交換水10.0gを60℃に加温し、テトラメトキシシラン9.9gを加え、200rpmで攪拌し加水分解後、これに、子粒子として平均粒径30nmのシリカ粒子1.2gを水中に分散させたスラリー40gを加え、5分攪拌してシリカ粒子分散液（子粒子分散液）を調製した。

【0031】30分静置後のシリコン粒子分散液に、このシリカ粒子分散液を加え、60℃、200rpmで1時間攪拌後、中和、吸引ろ過、水洗、メタノール洗を行い、エバポレーターにて乾燥後、300℃で2時間焼結し、白色粉末を得た。この白色粉末が、本発明に従った研磨粒子である。その平均粒径は5.3μmであった。ここで、シリカ粒子をシリコン粒子表面に付着した研磨粒子の平均粒径が、シリコン粒子よりも小さくなっているが、これは、300℃で焼結したためであり、より高

温（例えば500℃）で焼結すると、平均粒径の差はより顕著となる。この研磨粒子の電子顕微鏡写真を図2(a)に示す。

【0032】図2(a)に示す研磨粒子は、図1(b)に示す研磨粒子10'に対応するものであり、シリコン粒子の表面に、シリカ粒子表面のゲル膜を介して、シリカ粒子を複数付着固定している。

【0033】＜実施例2＞ 研磨フィルムの製造

ポリウレタン系バインダ樹脂とメチルエチルケトン等の溶剤とを混合したバインダ樹脂の溶液（35重量%）に上記実施例1の研磨粒子（65重量%）を分散した塗料を、ポリエステルフィルム（厚さ5μm）上に塗布し、乾燥させて、シリコン粒子の大きさとほぼ同一の厚さの研磨層をポリエステルフィルム表面に形成し、一層構造の研磨層を有する研磨フィルムを製造した。この研磨フィルムの研磨層表面の電子顕微鏡写真を図2(b)に示す。

【0034】図2(b)の電子顕微鏡写真に示すように、研磨粒子が一様に分散した一層構造の研磨層がプラスチックフィルム表面に形成され、研磨粒子同士の間には隙間が形成されている。また、研磨層表面には、凝集粒子がみあたらない。

【0035】＜研磨試験＞ 実施例2の研磨フィルムをテープ状にスリットし、この研磨テープを使用して、予め粗研磨を施してあるシリコンウエハの端面部分（上面、端面及び下面）の仕上げ研磨を行った。

【0036】研磨試験は、図4に略示するウエハ端面研磨加工装置を使用し、下記の表1に示す研磨条件で行った。シリコンウエハの端面部分の研磨は、以下のようにして行った。

【0037】図4に示すように、シリコンウエハ35をスピンドル33に吸着し、矢印rの方向に回転させた。一方、研磨テープ34を研磨テープ送出部（図示せず）から送り出し、ローラ32を介して弾性パッド31の表面上を矢印Tの方向に走行させ、ローラ32'を介して研磨テープ巻取部（図示せず）へと巻き取らせ、研磨ヘッド30の弾性パッド31の表面上を走行する研磨テープ34にシリコンウエハ35の端面部分を押し付けながら、シリコンウエハ35の端面と研磨テープ34との接点を中心として研磨ヘッド30を矢印Rの方向に首振りさせた。この首振り、研磨テープ34が、シリコンウエハ35の端面部分の上面、端面及び下面に順次連続的に15秒間ずつ押し付けられた後、下面から上面、上面から下面、最後に下面から上面にかけてそれぞれ5秒間ずつ連続的に移動しながら押し付けられるように行われた（研磨時間は合計で1分間）。

【表1】

表1

研磨条件

ウエハ回転数:	500rpm
テープ押付圧力:	900gf
研磨時間:	1分

【0038】＜試験結果＞ 本発明の研磨テープによる仕上げ研磨前のシリコンウエハ端面の状態を図3(a)に示し、仕上げ研磨後のシリコン上は表面の状態を図3(b)に示す。図3(a)及び(b)のそれぞれの顕微鏡写真に示すように、仕上げ研磨後のシリコンウエハ端面には傷がなく、平滑な面に仕上げられたことがわかる。

【0039】

【発明の効果】本発明の研磨粒子及び研磨フィルムが以上のように構成されるので以下のような効果を奏する。

【0040】(1) 発明の研磨フィルムを使用して被研磨物を研磨すると、母粒子とこの表面に複数付着固定した子粒子とが被研磨物表面に作用するので、高い研削力(すなわち、短時間)で高精度の表面が得られる。

【0041】(2) 本発明の研磨粒子の粒径が大きいので、研磨塗料中で研磨粒子が凝集することがなく、また凝集したとしても凝集粒子を容易に分解でき、研磨粒子を均一に分散させることができ、このことから、凝集集子に起因する傷が被研磨物表面に形成されることがなくなり、高精度の被研磨物表面が得られる。

【0042】(3) 本発明の研磨フィルムの研磨層表面には、研磨粒子同士の間隙が形成され、この隙間に研磨中に発生した研磨クズが取り込まれるので、研磨層の目詰まりを生じることがなく、研削力が低下しない。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1(a)及び(b)は、それぞれ、本発明の研磨粒子の部分断面図であり、図1(c)は、本発明の研磨粒子を使用した研磨フィルムの断面図である。

【図2】図2(a)は、実施例の研磨粒子の電子顕微鏡写真であり、図2(b)は、実施例の研磨フィルム表面の電子顕微鏡写真である。

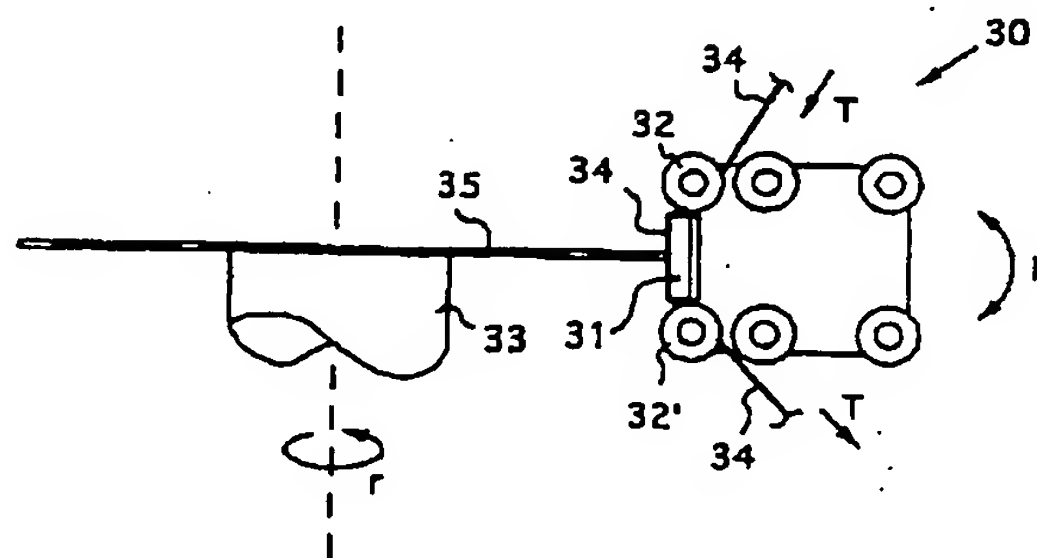
【図3】図3(a)は、仕上げ研磨前のシリコンウエハ端面の顕微鏡写真であり、図3(b)は、仕上げ研磨後のシリコンウエハ端面の顕微鏡写真である。

【図4】図4は、実施例の研磨試験を行うためのウエハ端面研磨加工装置の略図である。

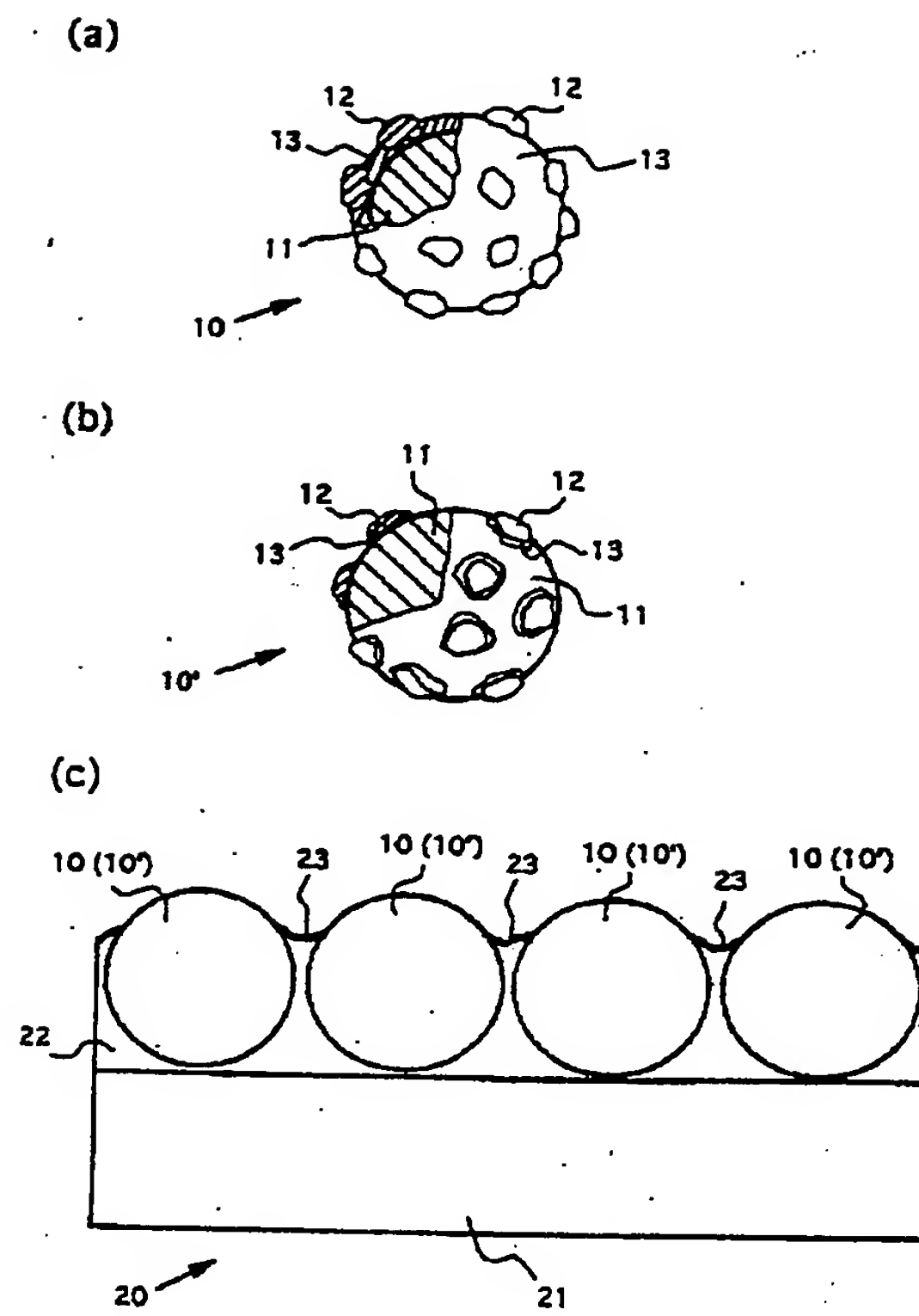
【符号の説明】

- 10、10'・・・研磨粒子
- 11・・・母粒子
- 12・・・子粒子
- 13・・・ゲル膜
- 20・・・研磨フィルム
- 21・・・プラスチックフィルム
- 22・・・バインダ樹脂
- 23・・・隙間
- 30・・・研磨ヘッド
- 31・・・弾性パッド
- 32、32'・・・ローラ
- 33・・・スピンドル
- 34・・・研磨テープ
- 35・・・シリコンウエハ
- T・・・研磨テープの走行方向
- R・・・研磨ヘッドの首振り方向
- r・・・シリコンウエハの回転方向

【図4】



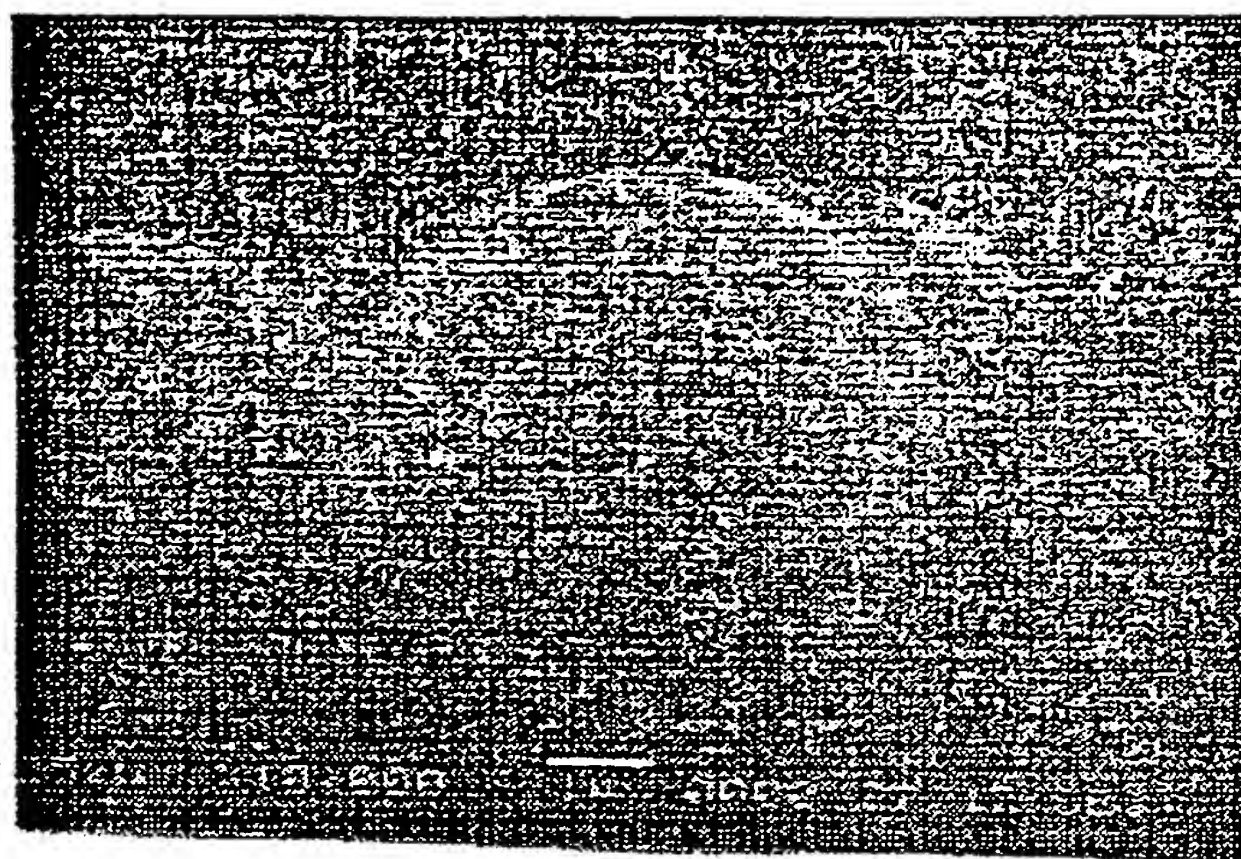
【図1】



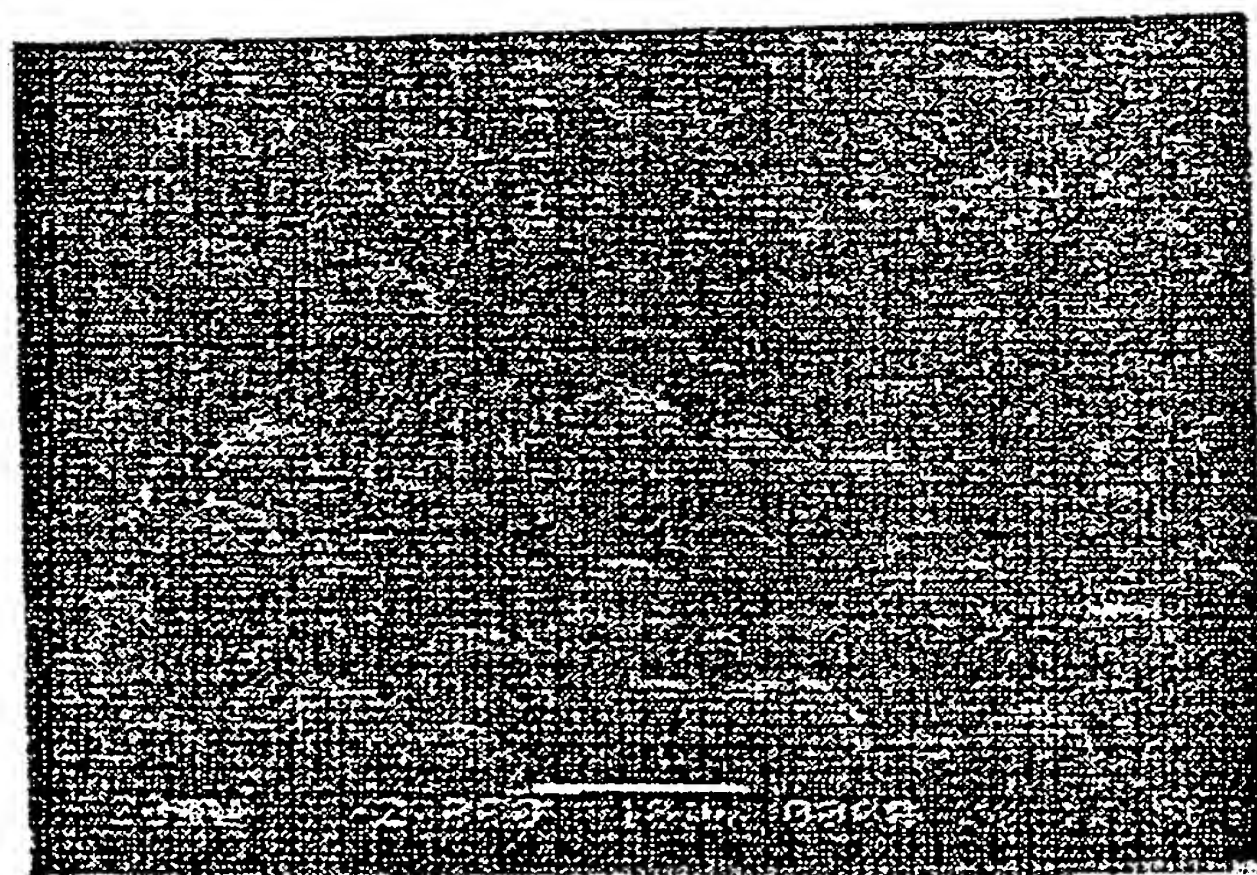
(312)

圖面

(a)



(b)



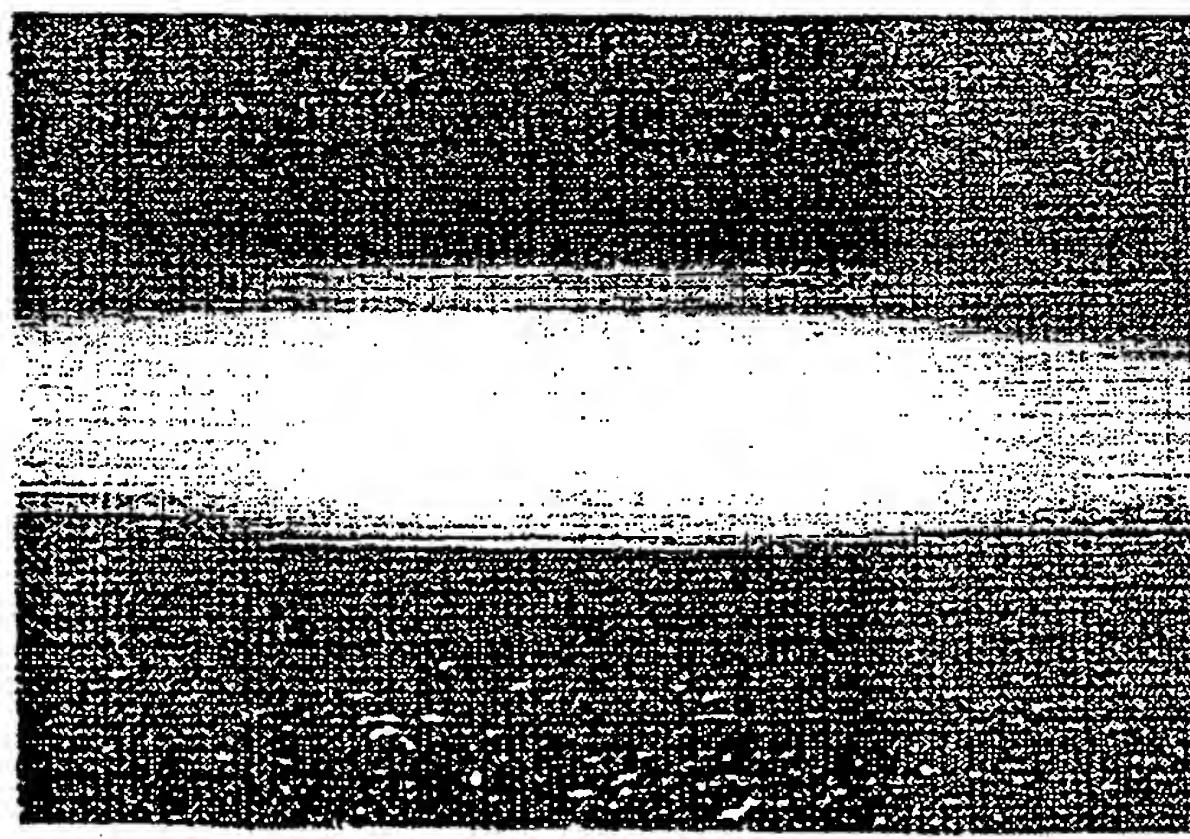
【图 3】

図面代用写真

(a)



(b)



⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 実用新案出願公開

⑫ 公開実用新案公報 (U)

昭58—31241

⑪ Int. Cl.³
C 09 K 3/14
B 24 D 3/00

識別記号

庁内整理番号
6561—4H
7610—3C

⑬ 公開 昭和58年(1983)3月1日

審査請求 未請求

(全 1 頁)

⑭ 複合砥粒の構造

岡崎市大西町字神殿 6—15

⑮ 実 願 昭56—123477

⑯ 出 願 人 名古屋エラスチック製砥株式会社

⑰ 出 願 昭56(1981)8月19日

岡崎市岡町字下野川一番地

⑱ 考 案 者 伊東隆夫

⑲ 代 理 人 弁理士 岡田英彦

⑳ 実用新案登録請求の範囲

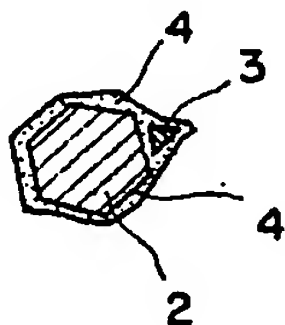
ヌーブ硬度が約1700～3500の普通砥粒の表面に、前記砥粒より小形でかつヌーブ硬度約5000～8000の硬質砥粒を、ガラスセラミックスなどの無機質結合層を介して結合させ、かつ前記両砥粒の外面を前記無機質結合層にて被覆せしめたことを特徴とする複合砥粒の構造。

図面の簡単な説明

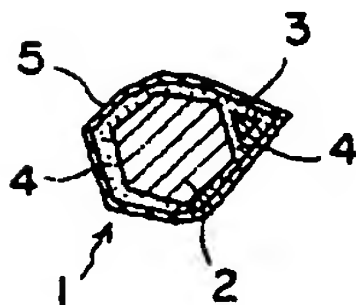
図は本考案の実施例を示すもので、第1図は複合砥粒の拡大した説明図、第2図は硬質砥粒の結合状態を示す説明図、第3図は複合砥粒を用いて形成した研削砥石の正面図、第4図は研削砥石表面の拡大した説明図である。

1…複合砥粒、2…アルミナ質砥粒、3…窒化ホウ素質砥粒、4…無機質結合層、5…メタライズ層。

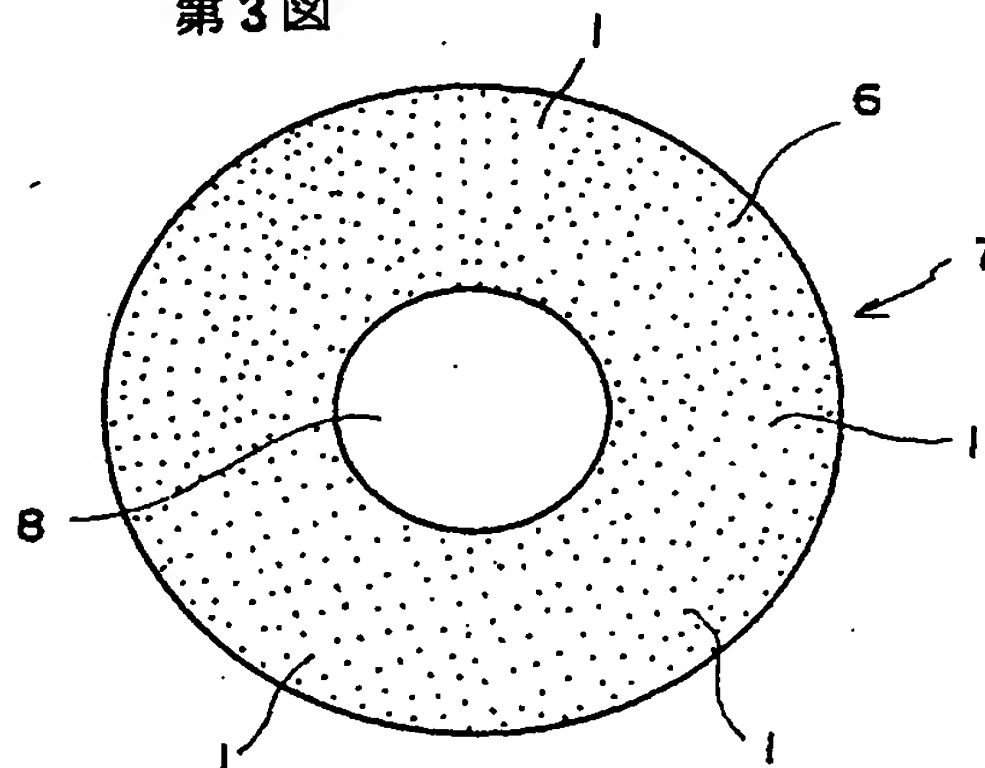
第1図



第2図



第3図



第4図

